DESCRIPCIÓN DEL ESPECTROFOTÓMETRO DE ABSORCIÓN ATÓMICA DE LLAMA PERKIN ELMER 3110

El espectrofotómetro de Absorción Atómica permite determinar diversos elementos en un amplio rango de concentraciones.





RECOMENDACIONES GENERALES

- Las botellas de gases deben mantenerse necesariamente en posición vertical.
- En el caso de fuga, cerrar la válvula directamente de la botella (ubicada en la caseta de gases)
- No mirar directamente a la llama ni a las fuentes de emisión (lámparas).
- Asegurar que el sistema de extracción existente sobre la llama u horno de grafito funciona correctamente.
- En general, asegurar una buena ventilación, especialmente si se trabaja con generador de hidruros.
- El acetileno es un gas extremadamente inflamable. Abrir la válvula lentamente y cerrarla cuando no se utilice el producto. Para cualquier consulta sobre la botella de acetileno, consultar las instrucciones suministradas por el proveedor y la Ficha de Datos de Seguridad (FDS).
- Tener ubicado el espectrofotómetro de AA en un área libre de vapores corrosivos y vibración y en una zona que no reciba la luz del sol directa.
- La manipulación de los productos químicos se ha de realizar dentro de la vitrina de extracción de gases existente en el laboratorio.

Para mayor información, **consultar el manual de instrucciones del equipo** y el Libro de Métodos Analíticos para Absorción Atómica de Perkin Elmer



Superficie caliente

EQUIPOS DE PROTECCIÓN INDIVIDUAL (EPI's) A UTILIZAR

En función de los productos químicos que se manipulen, se ha de utilizar los siguientes equipos de protección individual (EPI's):

- **Guantes de protección química**
- **Gafas de protección**
- **Mascarilla de protección respiratoria**

Consultar previamente la **Ficha de Datos de Seguridad (FDS) del producto químico** a utilizar.

Utilizar **guantes de protección térmica** para acceder al recinto del horno, en el caso de que no se pueda dejar enfriar y sea necesario acceder. En este caso el espectrofotómetro de AA ya habrá finalizado la lectura.

Además, para la manipulación de productos químicos, se debe de **llevar bata**.



Protección obligatoria de la vista



Protección obligatoria de las manos



Protección obligatoria para las vías respiratorias

ANTES DE UTILIZAR EL EQUIPO

Puesta en marcha del equipo

- Comprobar que cada una de las partes integrantes del equipo están correctamente conectadas y que no existen fugas.
- Asegurar que hay suficiente agua en el sistema de drenaje para activar el sistema de seguridad anti-fugas de gases del drenaje. En caso contrario, añadir unos 250 ml de agua por el tubo de drenaje.
- Poner en funcionamiento el espectrofotómetro accionando el botón *Power* situado en el lateral derecho del equipo. Aparecerá la siguiente pantalla: PERKIN-ELMER MODEL 3110. Trabajar en modo [AA] que aparece por defecto. Pulsar [AA-BG] cuando sea necesario corregir la absorbancia de fondo mediante la lámpara de deuterio ($\lambda \sim < 220$ nm).

Instalación y alineación de las lámparas de cátodo hueco

- Colocar la lámpara del elemento a determinar en su soporte, dejando un espacio de 5 mm en el fondo. Seleccionar la posición haciendo rotar el carro manualmente (hay 4 posiciones posibles). Si se utiliza por primera vez se recomiendan elementos como el Mn, Cu o Mg.
- Conectar la clavija de la lámpara en la unidad de alimentación correspondiente situada en el lateral derecho del carro.
- Seleccionar manualmente la longitud de onda del elemento a determinar (selector situado en el lateral izquierdo) y la rendija (SLIT) (selector situado en la parte superior izquierda) según indica el Libro de Métodos Analíticos para Absorción Atómica de Perkin Elmer. Para medidas de absorción atómica debe seleccionarse altura de rendija *High*.
- Pulsar [Param Entry] e introducir el amperaje específico de la lámpara (mA) según indique la etiqueta de ésta.
- Pulsar [Enter] para encender la lámpara.
- Seleccionar el tiempo de lectura (pantalla INT. TIME (.1-60sec)) a 1 segundo. Pulsar [Enter].
- Esperar unos 15 minutos hasta alcanzar la máxima potencia de la lámpara.
- Alineación de la lámpara.
- Pulsar [Energy]. En la pantalla aparecerá una barra medidora de energía cuantificada mediante el parámetro CTS. Si la barra está fuera de escala o no se extiende hasta la mitad del medidor, presionar [GAIN] para llevar el indicador a la mitad.
- Para maximizar la energía rotar lentamente el selector de longitud de onda 0,5 nm por encima y por debajo del valor previamente seleccionado hasta alcanzar el valor máximo indicado por la barra y el valor de CTS.
- A continuación ajustar la posición de la lámpara con los tornillos de ajuste horizontal y vertical hasta obtener la máxima energía posible. Presionar [GAIN] si la barra medidora se saliera de escala.

ANTES DE UTILIZAR EL EQUIPO

Encendido y optimización de la llama

- **Activar** el **sistema de extracción** de gases.
- **Abrir** la **llave** de línea de los **gases aire y acetileno** y **comprobar** que las **presiones** de éstas son correctas: 1 bar para el acetileno y 4 bar para el aire.
- **Ajustar** la **altura** del **mechero**
- **Comprobar** que el **haz de la muestra** no es obstruido por el mechero del espectrofotómetro. Colocar un papel blanco perpendicular a la ranura del mechero y ajustar su posición horizontal y vertical hasta que el haz de luz pase centrado y 2 o 3 mm por encima.
- Presionar **[Cont.]** para realizar **medidas de absorbancia** en modo continuo. A continuación presionar **[A/Z]** para **hacer el cero y obtener Abs = 0.000**.
- **Rotar** el **controlador** de ajuste vertical del mechero en **sentido anti-horario** hasta obtener una leve **absorbancia positiva**. **Rotar** lentamente en **sentido horario hasta Abs = 0.000 y** añadir **un cuarto de vuelta más**.

NOTA: **no es necesario realizar el *ajuste de altura* del mechero cada vez que se utilice el equipo**; una vez ajustado se realizarán comprobaciones periódicas.

Encendido de la llama

- **Girar** el **selector *Oxidant*** a la posición ***Air***. Ajustar el **flujo del aire** a **4 unidades** y el **flujo del acetileno** a **2,5 unidades** mediante el sistema de control de gases del espectrofotómetro (valores recomendados para un mechero de 10 cm).
- **Presionar** el botón ***Ignite* de forma continuada**. Si la llama no se enciende, retornar el selector a la posición *Off*, volver a Air y presionar de nuevo el botón *Ignite*.
- **Aspirar agua** y **estabilizar** el sistema durante unos minutos.
- **Aspirar un blanco y** hacer el cero pulsando el **botón [A/Z].**
- **Ajustar** la **posición del mechero**
- **Aspirar un patrón** que produzca una señal de aproximadamente 0,2 unidades de absorbancia (consultar condiciones en el libro de Métodos Analíticos para Absorción Atómica de Perkin Elmer).
- **Ajustar la posición horizontal** y **rotacional** del mechero hasta alcanzar la **máxima lectura de absorbancia** (en caso de mover la posición vertical, una altura excesiva del mechero puede interceptar el haz luminoso y proporcionar lecturas de absorbancia no reales. Comprobar aspirando un blanco. Si éste no continúa leyendo cero, bajar el mechero hasta que el blanco dé nuevamente cero y ajustarlo de forma real).

NOTA: **no es necesario realizar el *ajuste de la posición* del mechero cada vez que se utilice el equipo**; una vez ajustado se realizarán comprobaciones periódicas.

Ajustar el nebulizador

Con el mismo patrón, girar la rosca del nebulizador lentamente hacia la izquierda (de forma que al espectrofotómetro le de tiempo de responder a las variaciones de caudal) hasta comprobar que salen burbujas a través del capilar. A continuación, girar lentamente la rosca del nebulizador hacia la derecha hasta alcanzar la máxima lectura de absorbancia. Una vez obtenido el máximo, bloquear el tornillo de ajuste de aspiración con la anilla de sujeción trasera del nebulizador.

NOTA: **no es necesario realizar el *ajuste del nebulizador* cada vez que se utilice el equipo**; una vez ajustado se realizarán comprobaciones periódicas.

DURANTE LA UTILIZACIÓN DEL EQUIPO

CONSTRUCCIÓN DE UN MÉTODO DE MEDIDA

MÉTODO CON CURVA DE CALIBRADO

- Presionar **[Param Entry]**. Aparecerá el amperaje específico de la lámpara (mA) introducido anteriormente.
- Presionar **[Enter]**. Aparecerá el tiempo de lectura 1 segundo introducido anteriormente.
- Presionar **[Enter]**. Seleccionar tres replicados para cada solución aspirada (patrones y muestras).
- Presionar **[Enter]**. Seleccionar calibración lineal, no lineal o método de adición estándar.
- Presionar **[Enter]**. Seleccionar modo de trabajo FLAME.
- Presionar **[Enter]**. Introducir la primera concentración del patrón –con los decimales correspondientes- con la que elaborar la curva (se introducen el orden ascendente).
- Presionar **[Enter]** e ir introduciendo las siguientes concentraciones del patrón (se pueden introducir hasta 8 patrones, aunque tres suelen ser adecuados).
- Pulsar **[Enter]** para pasar al siguiente parámetro.
- Introducir el valor de uno de los patrones si se desea reajustar la curva de calibrado en cualquier momento entre medida y medida de las muestras (*Reslope*). **En caso contrario** pasar al siguiente parámetro pulsando solamente **[Enter]**.
- Pulsar **[Enter]** para fijar el tiempo de demora de lectura de 0 segundos marcado por defecto.
- Seleccionar si se quieren imprimir los datos (en caso afirmativo, con la impresora conectada, pulsar [Print]. Se imprimirán los resultados tras cada muestra aspirada).
- Pulsar **[Enter]** para pasar los distintos parámetros sobre automuestreo (*Autosample*) ya que el equipo no dispone de automuestreador.
- Pulsar **[Data]**. La pantalla proporcionará la media de la absorbancia, la desviación estándar y la desviación estándar relativa de cada muestra aspirada.
- **Aspirar un blanco** y **hacer el cero pulsando el botón [A/Z]**.
- **Aspirar el primer patrón y presionar [Calib]**. Realizar la misma operación para cada uno de los patrones. Para corregir cualquiera de ellos, entrar el número del estándar correspondiente y pulsar [Calib].

Una vez establecidos los distintos parámetros y la curva de calibrado, **pulsar [Param Entry] [Option] [Store]** y **un número entre 0-9** para guardar el método.
Para recuperar un método guardado, pulsar [Option] [Recall] y el número correspondiente (NOTA: se guardarán todos los parámetros excepto la corriente de la lámpara, que deberá introducirse cada vez).

DURANTE LA UTILIZACIÓN DEL EQUIPO

MÉTODO SIN CURVA DE CALIBRADO

Para construir un método sin utilizar curva de calibrado, repetir la secuencia anterior sin introducir información sobre los patrones y sin aspirar las concentraciones correspondientes.

Medida

- **Seleccionar el método** deseado **pulsando [Param Entry] [Option] [Recall] y el número correspondiente**. Desde [Data], aspirar la muestra y pulsar [Read]. La pantalla proporcionará directamente la concentración de la muestra (si se ha seleccionado un método con curva de calibrado) o la absorbancia (si se ha seleccionado un método sin curva), junto con la desviación estándar y la desviación estándar relativa.
- Repetir el proceso para toda la serie de medidas.
- Para reajustar la curva de calibrado (habiendo activado previamente la opción *Reslope* en el método con curva de calibrado), aspirar el blanco, presionar [A/Z], aspirar el patrón correspondiente y pulsar [Reslope].

Extinción de la llama

- Aspirar agua durante unos minutos para limpiar la cabeza del mechero.
- Retornar el selector *Oxidant* a la posición *Off*.
- Cerrar la entrada de acetileno en el equipo.
- Cerrar la entrada de aire en el equipo.
- Purgar válvulas girando de nuevo el selector *Oxidant* a la posición *Air*. Retornar el selector *Oxidant* a la posición *Off*.

Cambio de lámpara

- Extinguir la llama.
- Apagar la lámpara pulsando [Param Entry] e introduciendo valor cero mA de amperaje.
- Desconectar la alimentación eléctrica de la lámpara.
- Montar la nueva lámpara como se indica en el punto 2. Seguir los distintos apartados para la medida del nuevo elemento.

Parada del equipo

- Extinguir la llama.
- Parar el espectrofotómetro accionando el botón *Power* situado en el lateral derecho del equipo.